

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-029742

(43)Date of publication of application : 29.01.2002

(51)Int.Cl.

C01F 17/00

C04B 35/50

(21)Application number : 2000-220677

(71)Applicant : DAIICHI KIGENSOKAGAKU KOGYO CO LTD

(22)Date of filing : 21.07.2000

(72)Inventor : KAKITA SHINICHI

(54) RARE EARTH OXIDE POWDER AND METHOD FOR MANUFACTURING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide rare earth metal oxide powder which can yield a dense sintered body.

SOLUTION: The rare earth metal oxide powder consists of flake type secondary particles consisting of primary particles having 10 to 200 nm average particle diameter. The invention also provides a method for manufacturing the above powder.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-29742

(P2002-29742A)

(43) 公開日 平成14年1月29日 (2002.1.29)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	キーワード (参考)
C 0 1 F 17/00		C 0 1 F 17/00	A 4 G 0 7 6
C 0 4 B 35/50		C 0 4 B 35/50	

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2000-220677(P2000-220677)

(22) 出願日 平成12年7月21日 (2000.7.21)

(71) 出願人 000208662

第一稀元素化学工業株式会社

大阪府大阪市住之江区平林南1丁目6番38号

(72) 発明者 柿田 進一

兵庫県神戸市北区桂木3-9-12

(74) 代理人 100065215

弁理士 三枝 英二 (外 8 名)

Fターム (参考) 4G076 AA02 AB04 AB07 AB12 BA15

BA42 BA46 BC02 BD01 BD02

CA02 CA05 CA08 CA25 CA26

CA28 DA01 DA30

(54) 【発明の名称】 希土類金属酸化物粉末及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】緻密な焼結体を与える希土類金属酸化物粉末を提供する。

【解決手段】平均粒径10~200nmの範囲内にある一次粒子からなる鱗片状二次粒子により構成されることを特徴とする希土類金属酸化物粉末、及びそれを製造する方法に係る。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】平均粒径 10～200 nm の範囲内にある一次粒子からなる鱗片状二次粒子により構成されることを特徴とする希土類金属酸化物粉末。

【請求項 2】鱗片状二次粒子のアスペクト比が 5～100 である請求項 1 記載の希土類金属酸化物粉末。

【請求項 3】BET 比表面積が 2～50 m²/g である請求項 1 又は 2 に記載の希土類金属酸化物粉末。

【請求項 4】二次粒子の平均粒径 50～20000 μm 及び平均厚さ 10～200 μm である請求項 1～3 のい

ずれかに記載の希土類金属酸化物粉末。

【請求項 5】二次粒子が、実質的に一次粒子が単層状に配列することにより構成されている請求項 1～4 のい

ずれかに記載の希土類金属酸化物粉末。

【請求項 6】請求項 1～5 のいずれかに記載の希土類金属酸化物粉末を含む原料粉末を成形し、焼成して得られた焼結体。

【請求項 7】希土類金属塩の水溶液中にアルカリ水溶液を添加することにより中間体を生成させた後、当該中間

体を 600～1000℃で仮焼する方法であって、
(1) 当該水溶液の温度が 0～50℃であり、(2) アルカリ水溶液の添加速度を当該希土類金属の酸化物 1 モル当たり 2～30 モル/分とすることにより、請求項 1～5 のいずれかに記載の希土類金属酸化物粉末を製造する方法。

【請求項 8】希土類金属塩の水溶液の濃度が当該希土類金属の酸化物換算で 0.02～0.3 モル/リットルである請求項 7 記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、新規な希土類金属酸化物粉末及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来技術】酸化イットリウムに代表されるイットリウム、スカンジウム、ランタニド系の希土類酸化物粉末は、各種のセラミックスの原料として多用されている。特に、酸化物系ファインセラミックスにおいては、主成分として使用されるほか、焼結安定剤、焼結促進剤等の助剤又は添加剤として使用されたり、あるいは各反応過程における触媒として使用されており、その重要性は近年ますます高まりつつある。

【0003】これに対し、希土類金属酸化物粉末の焼結は非常に困難とされている。例えば、佃 (窯業協会誌、84[12]585(1976))又は Greskovich (Ceramics Bulletin: American Ceramics Society, 52[2]473(1973))によって報告されているように、イットリア (Y₂O₃) を比較的高密度で焼結させるためには約 2200℃で長時間焼結させることが必要とされている。また、Dutta (Mat. Res. Bull., 4, 791(1969))らの報告では、ホットプレス法による強制的な緻密化が必要とされている。こ

れらの技術では、焼結条件、焼結方法等を改良するものであるが、これらを改良しても希土類酸化物粉末の焼結性を改善するのには限界がある。

【0004】希土類金属酸化物粉末を主成分として焼結体を作製する際に求められる特性の中で最も重要なものは焼結性である。Herring のスケール則 (守吉他「セラミックスの焼結」内田老鶴圃)等で示されているとおり、粉末を構成している一次粒子の粒径を小さくすることは個々の粉末が焼結する際の拡散距離を短くでき、粉末の焼結特性を飛躍的に向上できる。

【0005】ところが、焼結性を向上させるということは、一次粒子の表面エネルギーが著しく高くなることを意味する。すなわち、微粒子化するほど粒子間の静電引力 (物理的結合) 等の作用が強くなって焼結特性を向上させる反面、一次粒子の凝集力を強めることになり、粉碎困難な二次粒子を形成しやすくなる。結局は、粉碎が完全に行われない限りは焼結性を向上させることは困難である。

【0006】一般的にセラミックスの原料粉末を製造する場合は、溶液中でシュウ酸塩、水酸化物等の中間体を形成し、この中間体を仮焼することによって目的とする原料を得る。この中間体の母体として一次粒子が形成されるが、一次粒子サイズは非常に微細なものであり、仮焼途中で個々の一次粒子間の焼結が進行することによって非常に強固なネック形成 (粒子どうしが何らかの拡散機構により化学結合を形成) がされると物理的結合の場合より粉碎がさらに困難となる。強固な一次粒子の凝集が生じたとき、これを粉碎するためにホットミル等の処理時間の長い粉碎方法を適用したり、アトライター又は振動ミルのような破碎性能の高い装置を使用しなければならなくなる。また、これらによって粉碎を試みたとしても、凝集状態によってはある一定粒度までしか破碎が進行しないことがある。最近、斎藤らの報告 (J. Am. Ceram. Soc., 81[8]2023(1998))によれば、炭酸イットリウムを中間体とし、これらの中間体を 700～1100℃に仮焼し、得られた酸化イットリウム粉末を焼結することによって比較的緻密な透光性焼結体が作製されたとされている。ところが、この報告の中の仮焼粉末の電子顕微鏡写真では、一次粒子が強固なネックを形成しており、これはさらなる焼結性改善の必要性を示唆している。

【0007】実用化段階にある希土類酸化物粉末の製法としては、例えばイットリウムの無機酸溶液とアンモニア水 (又は苛性ソーダ水) を反応させて水酸化イットリウムを沈殿させる方法がある。しかしながら、この沈殿物は非晶質のゲル状沈殿物を形成しやすい。このゲル状沈殿物はろ過性が悪いため、生産性が低く、さらに純水洗浄による不純物除去が困難である。また、このゲル状沈殿物では、その粒子形態、粒径等の制御が困難である。

【0008】イットリウムの無機酸溶液と蓚酸とを反応

させて硫酸イットリウムを沈殿させ、この沈殿物を仮焼して Y_2O_3 粉末を得る方法がある。しかしながら、この方法では、仮焼後の酸化物がフロック状の粗大かつ硬い凝集粒子を形成しており、粉碎することが困難である。また、イットリウム無機酸塩として YCl_3 が一般的に使用されているため、沈殿中に塩素が残存しやすく、仮焼の際に塩化水素ガスが発生しやすいため、装置腐食や環境対策を講じる必要もある。

【0009】イットリウムの無機酸溶液から硫酸アンモニウムの複塩を沈殿させる方法がある（例えば、特開平5-279022号、特開平5-279023号、特開昭55-28905号等）。しかしながら、これらの方法では、沈殿形成前に硫酸とアンモニアとを予め反応させておく必要があり、そのプロセスが煩雑である。また、これにより得られる粉末も焼結性等の点において改善の余地がある。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】以上のように、従来技術では、粉碎性、分散性、焼結性等のいずれかに問題があるため、緻密な希土類金属酸化物の焼結体を工業的規模で提供することが困難ないしは不可能であるというのが実情である。

【0011】従って、本発明の主たる目的は、これら従来技術の問題を解消し、緻密な焼結体を与える希土類金属酸化物粉末を提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明者は、これら従来技術の問題に鑑み、鋭意研究を重ねた結果、特定の性状を有する希土類酸化物粉末が上記目的を達成できることを見出し、ついに本発明を完成するに至った。

【0013】すなわち、本発明は、下記の希土類金属酸化物粉末及びその製造方法に係るものである。

【0014】1. 平均粒径10～200nmの範囲内にある一次粒子からなる鱗片状二次粒子により構成されることを特徴とする希土類金属酸化物粉末。

【0015】2. 希土類金属塩の水溶液中にアルカリ水溶液を添加することにより中間体を生成させた後、当該中間体を600～1000℃で仮焼する方法であって、

(1) 当該水溶液の温度が0～50℃であり、(2) アルカリ水溶液の添加速度を当該希土類金属の酸化物1モル当たり2～30モル/分とすることにより、上記第1項に記載の希土類金属酸化物粉末を製造する方法。

【0016】

【発明の実施の形態】1. 希土類金属酸化物粉末

本発明の希土類金属酸化物粉末は、平均粒径10～200nmの範囲内にある一次粒子からなる鱗片状二次粒子により構成されることを特徴とする。

【0017】本発明粉末における希土類金属としては特に限定されず、スカンジウム、イットリウムのほか、ランタニド系列（ランタン、セリウム、プラセオジム、ネ

オジウム、プロメチウム、サマリウム、ユウロビウム、ガドリニウム、テルビウム、ジスプロシウム、ホルミウム、エルビウム、ツリウム、イッテルビウム及びルテチウム）が挙げられる。

【0018】一次粒子の平均粒径は通常10～200nm程度、好ましくは15～170nmとする。平均粒径が10nm未満である場合又は200nmを超える場合は、焼結性等が低下するおそれがあるので好ましくない。

【0019】本発明粉末は、上記一次粒子からなる鱗片状（フレーク状）二次粒子により構成される。この二次粒子のアスペクト比は通常1を超えるものであれば良いが、好ましくは3～100程度、特に5～90とすれば良い。本発明粉末のアスペクト比は、例えば合成時ににおけるアルカリ水溶液の添加速度（滴下速度）、溶液温度、溶液濃度等により制御することができる。

【0020】本発明粉末では、二次粒子が、実質的に一次粒子が単層状に配列することにより構成されていることが好ましい。このような二次粒子は、特に優れた粉碎性を発揮することができる。本発明の効果を妨げない範囲内において、一次粒子が単層状に配列することにより構成されている二次粒子以外の二次粒子が含まれていても良い。例えば、部分的に一次粒子が二層になっている二次粒子、全体的に二層以上になっている二次粒子等が含まれていても良い。

【0021】二次粒子の平均粒径は特に限定されないが、通常は50～20000nm程度、好ましくは50～15000nmとすれば良い。また、二次粒子の平均厚さも上記アスペクト比を満たす限り特に限定されないが、通常は10～200nm程度、好ましくは15～170nmとすれば良い。なお、本発明における平均厚さに関し、一次粒子が単層状で配列して構成していると想定し、一次粒子の平均粒径をもって上記二次粒子の平均厚さとする。

【0022】本発明粉末のBET比表面積は特に限定的でなく、最終製品の用途等に応じて適宜設定すれば良い。通常は2～50m²/g程度、好ましくは15～35m²/gとすれば良い。このような範囲にBET比表面積を設定することによって、より粉碎しやすい粉末とすることができる。

2. 希土類金属酸化物粉末の製造方法

本発明粉末の製造方法は、希土類金属塩の水溶液中にアルカリ水溶液を添加することにより中間体を生成させた後、当該中間体を600～1000℃で仮焼する方法であって、(1) 当該水溶液の温度が0～50℃であり、(2) アルカリ水溶液の添加速度を当該希土類金属の酸化物1モル当たり2～30モル/分とすることにより、上記1の希土類金属酸化物粉末を製造するものである。

【0023】希土類金属塩としては、水可溶性塩であれば特に限定されない。例えば、希土類金属の硝酸塩、硫

酸塩、塩化物等の無機酸塩、あるいは希土類金属の酢酸塩、シュウ酸塩等の有機酸塩等を使用することができる。これらは単独で又は2種以上で使用することができる。例えば、希土類金属がイットリウムであれば YCl_3 、 $Y(NO_3)_3$ 、 $Y(CH_3COO)_3$ 等の塩類を用いることができる。

【0024】希土類金属塩の水溶液の濃度は、用いる希土類金属塩の種類等に応じて適宜設定すれば良いが、通常は酸化物換算で0.02~0.3モル/リットル程度、好ましくは0.03~0.2モル/リットルとすれば良い。

【0025】次いで、上記水溶液にアルカリ水溶液を添加する。添加方法は、例えば滴下により実施すれば良い。アルカリの種類は特に限定されず、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸水素ナトリウム、アンモニア水(NH_4OH)等が挙げられる。本発明では、アルカリ水溶液の添加速度を当該希土類金属の酸化物1モル当たり2~30モル/分程度、好ましくは10~20モル/分とする。

【0026】アルカリ水溶液の総添加量は、希土類金属塩の水溶液中に含まれる希土類金属の当量又はそれ以上となるようにすれば良い。すなわち、希土類金属塩の水溶液を中和すれば良い。

【0027】本発明方法において、アルカリ水溶液を添加する場合における希土類金属塩の水溶液の温度は、通常0~70℃程度、好ましくは10~35℃の範囲内に制御する。上記温度が0℃未満の場合又は70℃を超える場合は、粉碎性等が低下し、粉碎しにくい粉末が生成されるおそれがある。

【0028】アルカリ水溶液の添加は、その添加が完了した後における希土類金属塩の水溶液のpHが、通常7.5~9.5程度の範囲、特に8~8.5の範囲を維持できるようにすることが好ましい。

【0029】アルカリ水溶液の添加により中間体が沈殿物として生成する。一般に、中間体は鱗片状粒子からなる粉末(粒子)により構成されている。例えば希土類金属がイットリウムの場合は、鱗片状の結晶性水酸化イットリウム、塩基性炭酸イットリウム等の粒子が沈殿物として生成する。

【0030】生成した中間体は、ろ過、遠心分離等の公知の固液分離方法により回収した後、必要に応じて水洗しても良い。その後、必要に応じて乾燥処理を行うこともできる。乾燥方法は自然乾燥及び強制乾燥(加熱乾燥)のいずれでも良く、強制乾燥の場合は通常50~150℃程度で加熱すれば良い。

【0031】次に、上記中間体を600~1000℃(好ましくは600~950℃)で仮焼する。仮焼温度が600℃未満の場合は残留揮発成分が残留したり、焼結密度が上がりなくなるおそれがある。また1000℃を超える場合は鱗片状二次粒子内部の一次粒子間の結合

が非常に強くなって粉碎性が低下するおそれがある。仮焼雰囲気は特に限定されないが、通常は大気中又は酸化性雰囲気中とすれば良い。仮焼時間は特に制限されず、仮焼温度等に応じて適宜決定すれば良い。

【0032】本発明粉末を用いて焼結体等を製造する場合は、例えば本発明の希土類金属酸化物粉末を含む原料粉末を成形し、焼結すれば良い。本発明粉末を主原料として得られた焼結体のほか、副原料(例えば、焼結助剤、 ZrO_2 、用安定化剤、Al合金用強化材等の添加剤)として使用して得られた焼結体も本発明焼結体に包含される。

【0033】本発明では、成形に先立って必要により予め粉碎することもできる。粉碎方法は公知の方法に従えば良く、例えばボールミル、振動ミル等を使用することができる。粉碎後の平均粒径は、最終製品の使用目的等に応じて適宜設定すれば良いが、通常は0.01~0.5μm程度とすれば良い。本発明粉末は、容易に粉碎することができる。

【0034】成形方法は、例えばプレス成形、CIP法、ドクターブレード法等の公知の成形方法を適宜採用することができる。この場合、本発明の効果を妨げない範囲内で原料粉末に公知の樹脂系バインダー、焼結助剤等を適宜配合しても良い。

【0035】上記成形体の焼結は、大気中又は酸化性雰囲気中(好ましくは純酸素雰囲気中)で通常1600~1750℃程度で実施すれば良い。仮焼時間は焼結温度等に応じて適宜設定することができる。また、本発明では、必要に応じてホットプレス法により成形と焼結を同時に実施しても良い。このようにして得られた本発明の焼結体は高い相対密度を有し、通常は1650℃で3時間焼成後の相対密度が99%以上、好ましくは99.5%以上という高い値を示す。

【0036】

【発明の効果】本発明によれば、分散性、反応性、粉碎性及び焼結性に優れた希土類金属酸化物粉末を提供することができる。これにより、単成分系又は複合系の高密度焼結体を比較的低い焼結温度で製造することが可能となる。その結果、単成分系及び複合系希土類酸化物セラミックスを工業的規模で生産することが可能となる。

【0037】また、本発明粉末は容易に粉碎できることから、非酸化物系セラミックスの焼結助剤、粉末冶金の粒成長抑制剤等の添加剤として使用する場合には、使用量が少量で済むだけでなく、それらの添加による悪影響もないため、従来品を用いる場合よりも優れた特性を付与することができる。

【0038】このように、本発明粉末は、焼結体の主原料として使用できるほか、副原料として使用することができる。

【0039】本発明粉末を主原料として得られる焼結体としては、例えば Y_2O_3 焼結体等の単独酸化物焼結体の

ほか、Y-Sr系酸化物焼結体、YIG焼結体、YAG焼結体等のイットリウムを含むガーネット系、ペロブスカイト系等の焼結体等が挙げられる。これらの焼結体は、特に透光性材料、耐プラズマ・耐ハロゲン材料等として好適に使用できる。例えば透光性材料として赤外線透過窓、レーザー発振子、放電灯発光管、蛍光体等の用途、耐プラズマ・耐ハロゲン材料として金属熔融ルツボ、プラズマエッチング半導体製造装置用内壁材・窓材（監視窓）等の用途にそれぞれ有利である。そのほか、超高温炉心管、水素焼結炉等の絶縁碍子等として使用することも可能である。また、本発明粉末を主原料として使用する場合、触媒等としてLaMnO₃粉末、LaCeO₃粉末等をそのまま使用することもできる。

【0040】また、本発明粉末を副原料として使用する場合、例えば1) Si₃N₄、SiC、AlN等の非酸化物系焼結体の焼結助剤又は粉末冶金における焼結助剤、2) ジルコニア焼結体等の安定化剤、着色剤、3) アルミニウム系合金等における強度増加剤、粒成長抑制剤等の各種添加剤として使用できる。本発明粉末を添加剤として使用して得られた焼結体は、例えば上記1)では構造材料、耐熱材料、絶縁材料等の用途、上記2)では酸素イオン導電性セラミックス（固体電解質燃料電池、酸素センサー等）、構造材料（光ファイバー用フェルルカッター、粉砕メディア等）、上記3)では構造材料等に有利である。

【0041】本発明の希土類金属酸化物粉末は、これらの用途に限られず、その他の電気・電子材料、医療材料、構造材料等への応用に期待できる。

【0042】

【実施例】以下、実施例及び比較例を示し、本発明の特徴とするところをより一層明確にする。但し、本発明の範囲は、これら実施例に限定されるものではない。

【0043】実施例1

(1) 粉末の合成

まず酸化イットリウム換算で0.03モル/リットルのY(NO₃)₃水溶液（50リットル）中に0.8モル/リットルのNH₄OH水溶液を添加して沈殿を形成させた。このときのNH₄OH水溶液の添加速度は、酸化イ

ットリウム1モル当たり18モル/分とした。NH₄OH水溶液の添加完了後のpHは8.3であった。また、NH₄OH水溶液の添加中の溶液温度は18〜20℃となるように調節した。

【0044】得られた鱗片状中間体は、フィルタープレスによりろ過し、純水による洗浄を5回繰り返した。洗浄された中間体は、100℃に加熱して付着水分を除去した後、さらに630℃で5時間仮焼することによって粉末を得た。

【0045】次いで、容量2リットルのポットミルに上記粉末300g、直径5mmのZrO₂製ボール1.2kg及びエチルアルコール0.8リットルを加え、3時間粉砕処理を行った。その後、エチルアルコールを蒸発させ、乾燥した粉砕粉末を得た。得られた粉末を直径30mm、高さ10mmのタブレット形状に金型成形し、さらに98MPaの成形圧でCIP（冷間等方圧プレス）を行い、成形体を得た。この成形体を純酸素雰囲気にて1650℃で3時間の焼結を行うことにより焼結体を得た。

【0046】表1には、上記粉末及び焼結体の特性を示す。なお、表1中に示す各特性は以下のようにして測定・算出した。

(1) 粉末の一次粒子径及び二次粒子径（粉砕前）
FE-SEM（電界放射走査型電子顕微鏡）により観察し、任意に選んだ100個の粒子の粒径の平均値を示す。

(2) アスペクト比
粒子の平均粒径を平均厚さで除した値を示す。

(3) 比表面積

BET法により測定した値を示す。

(4) 粉砕前及び粉砕後の平均粒子径
X線透過法により測定した値を示す。

(5) 焼結後の相対密度
Y₂O₃の理論密度（5.03g/cm³）に対する相対密度（%）を示す。

【0047】

【表1】

10

20

30

実施例	アルカリ添加速度 (mol/分)	仮焼温度 (°C)	一次粒子径 (nm) ¹⁾	二次粒子径 (nm) ¹⁾	アスペクト比	比表面積 (m ² /g) ²⁾	粉碎前の平均粒子径 (μm) ³⁾	粉碎後の平均粒子径 (μm) ³⁾	焼結後の相対密度 (%) ⁴⁾
1	18	630	15	80	5.3	55	0.13	0.02	99.9
2	20	630	15	160	10	58	0.80	0.02	99.8
3	30	640	15	1490	99	45	1.9	0.03	99.6
4	2	600	10	450	45	98	1.6	0.02	99.3
5	10	900	110	4500	41	18	5.3	0.14	99.5
6	30	1000	200	15000	75	5	15.5	0.25	99.1
7	18	720	60	3300	88	31	6.8	0.09	99.8
8	30	940	170	13000	76	27	13.6	0.10	99.7
9	10	800	90	1050	12	40	6.2	0.06	99.8

¹⁾ FE-SEM(電界放射走査型電子顕微鏡)による直接観察

²⁾ BET法

³⁾ X線透過法による測定

⁴⁾ 1650℃で3時間焼結したときのY₂O₃の理論密度(5.03g/cm³)の相対密度

【0048】実施例2～9

NH₄OH水溶液の添加速度及び仮焼温度を表1に示すように変更したほかは実施例1と同様にして粉末及び焼結体を製造した。各粉末及び焼結体について実施例1と同様にその物性を測定した。その結果を表1に示す。

【0049】また、実施例9の粉末についてFE-SEMによる観察を行った。そのイメージを図1に示す。図1からも明らかなように、本発明粉末は鱗片状の二次粒子から構成されていることがわかる。また、一次粒子が単層状で配列することにより二次粒子が構成されている*

*こともわかる。

【0050】比較例1～6

NH₄OH水溶液の添加速度及び仮焼温度を変更することにより、得られる粉末の一次粒子径及び二次粒子径が表2に示すようにしたほかは実施例1と同様にして粉末及び焼結体を製造した。各粉末及び焼結体について実施例1と同様にその物性を測定した。その結果を表2に示す。

【0051】

【表2】

比較例	仮焼温度 (°C)	一次粒子径 (nm) ¹⁾	二次粒子径 (nm) ¹⁾	アスペクト比	比表面積 (m ² /g) ²⁾	粉碎前の平均粒子径 (μm) ³⁾	粉碎後の平均粒子径 (μm) ³⁾	焼結後の相対密度 (%) ⁴⁾
1	1050	250	15000	60	5	19	0.3	93.5
2	1240	500	15000	30	3	22	0.7	92.2
3	560	15	1000	70	98	1.6	0.03	91.1
4	490	15	900	60	91	1.5	0.04	90.3
5	1050	100	4500	43	2	5.8	1.8	88.4
6	1000	40	判定不能	判定不能	65	0.1	0.1	83.9

【0052】表1及び表2の対比からも明らかなように、比較例の粉末は粉碎性が低く、低い相対密度の焼結体しか得られないことがわかる。これに対し、本発明品は粉碎性に優れ、焼結後の相対密度99%以上を確実に

達成できることがわかる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例9で製造された粉末（二次粒子）の粒子構造を示すイメージ図である。

(7)

特開2002-29742

【図1】



BEST AVAILABLE COPY